

INVENTOR: SAKAI, WATARU
SUGIYAMA, YOSHIO
IMAMURA, NAOYA
FUNAKI, MASAAKI
APPLICANT: NIPPON SHEET GLASS CO LTD
APPL NO: JP 59200964
DATE FILED: Sep. 26, 1984
INT-CL: G03C1/733; C09K9/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a photochromic material good in durability by incorporating a **clathrate** compd. composed of the guest molecule of a photochromic substance and a host molecule.

CONSTITUTION: A preferable host molecule is **cyclodextrine** and the photochromic substance is spiropyran, dithizone mercury complex, **triphenylmethane** type dye, fulgide, etc. are used. The **clathrate** compd. is prepared by adding the photochromic substance to an aq. soln. of **cyclodextrine** at least in an amt. of $\geq 10\text{mol\%}$, mixing them at room temp., grinding down at once and well stirring them, then, filtering and washing them, and drying them in reduced pressure. The photochromic material is formed into a soln. by using a solvent, such as xylene or toluene, and its solid soln. is obtained by using an org. polymer, such as PMMA or polystyrene. It is preferable for the **clathrate** compd. to be contained in an amt. of $0.0001\text{--}15\text{wt\%}$ in a medium in order to cause the photochromic material to develop color by **light irradiation**.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
 ⑪ 公開特許公報 (A) 昭61-77846

⑫ Int.CI.¹
 G 03 C 1/733
 C 09 K 9/00

識別記号 廈内整理番号
 8205-2H
 6755-4H

⑬ 公開 昭和61年(1986)4月21日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 フォトクロミック材料

⑮ 特願 昭59-200964
 ⑯ 出願 昭59(1984)9月26日

⑰ 発明者 酒井 弥 福井県今立郡今立町東田部27の31
 ⑱ 発明者 杉山 義 喜 伊丹市北本町1丁目256
 ⑲ 発明者 今村 直也 西宮市段上町6-18-11
 ⑳ 発明者 船木 正昭 川崎市宮前区土橋1-21-5
 ㉑ 出願人 日本板硝子株式会社 大阪市東区道修町4丁目8番地
 ㉒ 代理人 弁理士 大野 精市

明　　題

1. 発明の名称

フォトクロミック材料

2. 特許請求の範囲

- (1) フォトクロミック物質であるゲスト分子とホスト分子からなる複合化合物を含有してなるフォトクロミック材料
- (2) 前記ホスト分子はシクロデキストリンである特許請求の範囲第1項記載のフォトクロミック材料
- (3) 前記フォトクロミック物質がスピロビラン、ジナゾン染料類、トリフェニルメタン系の色素、またはフルキドである特許請求の範囲第1項記載のフォトクロミック材料

3. 発明の詳細な説明

(市場上の利用分野)

本発明はフォトクロミック材料特に有機のフォトクロミック材料に関するもの。

(従来の技術)

従来、フォトクロミック化合物については次の

な研究があり、有機化合物に屈屈してもスピロビラン、トリフェニルメタン色素ロイコ体、イミダゾール、インジコ、チオインジコ、ジニトロベンジル、ビリゾン、フルキド、スチルベン、複雑環式化合物、結合多環芳香族化合物等が検討されている。

特にスピロビランについては、液体及び樹脂中の多數の研究がなされ、応用が試みられている。結合多環芳香族化合物についても、各種の樹脂载体たとえばエビオシ樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリメチルメタクリレート、ポリカーボネートに分散した系の研究開発がなされている。(特開昭59-114413、特開昭59-151515)

(発明が解決しようとする問題)

しかしながらこれらの従来のフォトクロミック材料は耐久性に難点があり、今のところ実用化されるうる耐久性の良いフォトクロミック材料はいまだ報告されていない。

本発明の目的は耐久性の良いフォトクロミック材料を提供することにあり、この目的は本発明に

より還元される。

(開発度を解決するための手段)

すなわち本発明はフォトクロミック物質をゲスト分子として有する包被化合物を含むしてなるフォトクロミック材料である。

本発明において使用される包被化合物中のゲスト分子はゲスト分子であるフォトクロミック物質の1分子を取り込む(すなわち包被する)のに適した大きさである必要がある。このゲスト分子として好ましいのはシクロデキストリンであり、シクロデキストリンにはそれを構成するグルコースの数6、7、8に応じてそれぞれ、 β 、 α -シクロデキストリンの2種類がある。これらの空洞内径はそれぞれ、6Å、7~8Å、9~10Åである。ゲスト分子であるフォトクロミック物質の1分子は相当するシクロデキストリンに包被されるのに適した大きさである必要がある。ゲスト分子であるフォトクロミック物質としてスピロビラン、ジアゾン水溶媒体、トリフェニルメタン系の色素、フルガード等が使用される。

フォトクロミック材料は固溶体となる。フォトクロミック材料が光(たとえば太陽光)照射および照射停止により発色するためには包被化合物が媒体に対して0.0001wt%~1wt%存在されることが好ましい。

(作用および発明の効果)

本発明によれば従来なかったフォトクロミック物質をホスト分子に包被したフォトクロミック材料を得ることができる。ホスト分子を使用せず、フォトクロミック物質を直接媒体に分子状分散した従来の場合と比べ、フォトクロミック物質をホスト分子に包被した包被化合物を媒体に分子状に分散した本発明の場合、フォトクロミック材料の耐久性が向上し、光照射前後のフォトクロミック材料の色がうすくなる。耐久性が向上する理由は明らかではないが、耐久性の劣化は主としてフォトクロミック物質と媒体との相互作用によると考えられるが、本発明においてはフォトクロミック物質と媒体との直接接触が包被化合物のホスト分子により防止され、それによって耐久性が向上す

る。本発明における包被化合物は通常固体である。この包被化合物は同数のホスト分子およびゲスト分子を有することが最も好ましいが、ホスト分子の数に対して、すくなくとも1/10のフォトクロミック物質のゲスト分子を有しておれば所望の発色が得られる。

本発明における包被化合物を調製するにはシクロデキストリン水溶液にフォトクロミック物質を加え室温で混合し、その後ただちにすりつぶし、よく攪拌する。しかし後フォトクロミック物質一シクロデキストリンの包被化合物が沈殿していくので、これを離析し、洗浄後減圧乾燥する。このようにして目的とする包被化合物を粉末として得ることができる。

本発明のフォトクロミック材料はこの包被化合物を分子状に分散させるための媒体を含むことが好ましい。この包被化合物の媒体としてヤシレン、トルエン等の液体を使用すればフォトクロミック材料は溶液となり、ポリメチルメタクリレート、ポリスチレン等の有機高分子を使用すれば

ると推定される。

以下実施例をあげて本発明をさらに詳細に説明するが、これにより本発明の範囲が限定されるものないことはいうまでもない。

(実施例)

実施例1

シクロデキストリン(東京化成製)10gに水10gを加え攪拌するとスラリー状のものになった。これに既知の方法により合成した1,3,5-トリメチルインドノーニ-6'-ニトロ、5'- β -キシベンゾピリルスピラン(化合物(I))0.1gを加え、室温で混せてすぐにすりつぶしよく攪拌する。沈殿した包被化合物を絞過して取り出しヤシレンで洗浄した。その後生成物を減圧乾燥して、ゲスト分子・化合物(I)とホスト分子・シクロデキストリンとの数がほぼ同数の包被化合物が得られた。この包被化合物0.01gをヤシレン1000mlに溶かした溶液(6×10^{-6} mol/l)と化合物(I)の濃度(6×10^{-6} mol/l)のヤシレン溶液をそれぞれ瓶の静か20回のバイレックス容器に入

れた。螢光燈下で、前者は後者よりうすい青色であったが太陽光下で四倍の濃さの青色となった。日焼で試験すると太陽光下で後者は約1時間15分で青色でなくなつたが前者は約3時間青色であった。つまり包被化により耐久期間が約3倍向上した。

実施例3

メーシクロデキストリン(東京化成製)を使用し、実施例1と同様の実験を行なつた。包被化により螢光燈下で淡色となり、耐久期間は約3倍向上した。

実施例4

メーシクロデキストリンとマークミノーユ、6-ジクロロフェニル水銀チゾキート(化合物(II))を使用し実施例1と同様の実験を行なつた。包被化により螢光燈下で淡色となり耐久期間は約3倍向上した。

実施例5

メーシクロデキストリンと化合物(II)を使用し実施例1と同様の実験を行なつた。包被化によ

り螢光燈下で淡色となり、耐久期間が約2倍向上した。

実施例6

メーシクロデキストリンとマークミノーフェニル水銀チゾキートを使用し実施例1と同様の実験を行なつた。包被化により螢光燈下で淡色となり耐久期間は約3倍向上した。

特許出願人 日本医薬子株式会社

代理人弁理士 大野樹市

